PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2003-012358

(43) Date of publication of application: 15.01.2003

(51)Int.Cl.

CO4B 24/26 CO4B 28/02 C08F290/06 // CO4B103:32 CO4B103:40

(21)Application number: 2002-127568

(71)Applicant: NIPPON SHOKUBAI CO LTD

(22)Date of filing:

12.12.1997

(72)Inventor: HIRATA TAKESHI

YUASA TSUTOMU SHIOTE KATSUHISA NAGARE KOICHIRO

IWAI SHOGO

(30)Priority

Priority number: 08348201

Priority date: 26.12.1996

Priority country: JP

(54) CEMENT DISPERSANT, METHOD OF MANUFACTURING POLYCARBOXYLIC ACID FOR CEMENT DISPERSANT AND CEMENT COMPOSITION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method of manufacturing a cement dispersant having high water reduction rate.

SOLUTION: The method of manufacturing a polycarboxylic acid for the cement dispersant is characterized in that an alkylene oxide is added in the temperature range of 80-155° C. Polyalkylene glycol ether based unit showed by general formula (1) is contained as a repeating unit. (wherein, R1 to R3 are each H or a methyl group; and R50 is an oxyalkylene group; and R6 is H or an alkyl group or the like; and R4 is -CH2- or the like.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

27.08.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or

application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2003-12358

(P2003-12358A)

(43)公開日 平成15年1月15日(2003.1.15)

(51) Int.Cl.7

識別記号

FΙ

テーマコード(参考)

C 0 4 B 24/26

C 0 4 B 24/26

B 4G012

E 4J027

Η

28/02

28/02

審査請求 未請求 請求項の数8 OL (全 12 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号

特顧2002-127568(P2002-127568)

(62)分割の表示

特願平9-343378の分割

(22)出願日

平成9年12月12日(1997.12.12)

(31)優先権主張番号 特顯平8-348201

(32)優先日

平成8年12月26日(1996, 12, 26)

(33)優先権主張国

日本(JP)

(71)出願人 000004628

株式会社日本触媒

大阪府大阪市中央区高麗橋4丁目1番1号

(72) 発明者 枚田 健

大阪府吹田市西御旅町5番8号 株式会社

日本触媒内

(72)発明者 湯浅 務

大阪府吹田市西御旅町5番8号 株式会社

日本触媒内

(74)代理人 100073461

弁理士 松本 武彦

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 セメント分散剤、セメント分散剤用ポリカルポン酸の製造方法およびセメント組成物

(57)【要約】

(修正有)

【課題】 髙い減水率を有するセメント分散剤の製造方 法を提供する。

【解決手段】 80~155℃の温度範囲でアルキレン オキシドを付加させることを特徴とするセメント分散剤 用ポリカルボン酸の製造方法である。また、繰り返し単 位として、一般式1で示したポリアルキレングリコール エーテル系単位を含む。

$$R^{1}$$
 R^{2}

| | |
-(C -C) - ----(1)
| | |
 R^{3} R^{4} -0-(R^{5} 0) pR^{6}

(R¹~R³はH又はメチル基を、R⁵ Oはオキシアル キレン基を、R®はH又はアルキル基等を、R⁴は-C H₂-等を表わす)

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】アルキレンオキシドを80~155℃の範囲で付加してなるボリアルキレングリコールを側鎖に有するボリカルボン酸を含有してなるセメント分散剤。

【請求項2】ポリアルキレングリコールを側鎖に有するポリアルキレングリコール系単量体単位およびカルボン酸系単量体単位を含むポリカルボン酸を含有してなるセメント分散剤であって、

該ポリアルキレングリコール系単量体単位を与えるポリアルキレングリコール系単量体として、

分子量分布のメインピークの高分子量側にピークを有しないか、または、

ビークを有する場合には、前記高分子量側のビークとメインビークの合計面積に対する前記高分子量側のビークの面積が8%以下のものを用いてなることを特徴とするセメント分散剤。

【請求項3】活性水素含有化合物にアルキレンオキシドを80~155℃の範囲で付加させることを特徴とするボリアルキレングリコールを側鎖に有するセメント分散剤用ポリカルボン酸の製造方法。

【請求項4】繰り返し単位として、一般式(1) 【化1】

(但し、式中R¹~R³はそれぞれ独立に水素又はメチル基を表わし、R⁵Oは炭素数2~4のオキシアルキレン基の1種又は2種以上の混合物を表わし、2種以上の場合はブロック状に付加していてもランダム状に付加していても良く、R⁵は水素又は炭素数1~22のアルキル基、フェニル基又はアルキルフェニル基(アルキルフェニル基中のアルキル基の炭素数は1~22である)を表わし、R⁴は一 CH_z -、一(CH_z)、-又は一C(CH_z)、-を表わし、pは1~300の整数を表わす。)で示されるボリアルキレングリコールエーテル系単位(1)と、

COOM¹ COX

(但し、式中 M^1 、 M^1 はそれぞれ独立に水素、一価金属、二価金属、アンモニウム又は有機アミンを表わし、Xは $-OM^1$ 又は $-Y-(R^1O)$ 。 R^0 を表わし、Yは-O-又は-NH-を表わし、 R^1 Oは炭素数2-4のオキシアルキレン基の1種又は2種以上の混合物を表わ

し、2種以上の場合はブロック状に付加していてもランダム状に付加していても良く、R*は水素、炭素数1~22のアルキル基、フェニル基、アミノアルキル基、アルキルフェニル基又はヒドロキシルアルキル基(アミノアルキル基、アルキルフェニル基の炭素数は1~22である)を表わし、rは0~300の整数を表わす。但し、M¹が結合している酸素と、Xが結合している炭素とが結合して酸無水物基(-CO-O-CO-)を構成しているものを含む。この場合M¹とXは存在しない。)で示されるジカルボン酸系単位(II)を含むセメント分散剤用ボリカルボン酸の製造方法において、繰り返し単位である一般式(I)を与えるポリアルキレングリコールエーテル系単量体として一般式(3)

[(£3)] $R^{1} R^{2}$ $C = C \qquad ---- (3)$ $R^{3} R^{4} = 0H$

(但し、式中R¹~R³はそれぞれ独立に水素又はメチル基を表わし、R⁴は−CH₂−、−(CH₂)₂−又は−C(CH₃)₂−を表わす。)で示される不飽和アルコール(B−1)に炭素数2~4のアルキレンオキシドを80~155℃の範囲で付加反応させることにより得られるボリアルキレングリコールエーテル系単量体を用いることを特徴とするセメント分散剤用ボリカルボン酸の製造方法。

0 【請求項5】繰り返し単位として、一般式(4) 【化4】

(但し、式中R⁹は水素又はメチル基を表わし、R¹⁰Oは炭素数2~4のオキシアルキレン基の1種又は2種以40 上の混合物を表わし、2種以上の場合はブロック状に付加していてもランダム状に付加していても良く、R¹¹は炭素数1~22のアルキル基、フェニル基又はアルキルフェニル基(アルキルフェニル基中のアルキル基の炭素数は1~22である)を表わし、sは1~300の整数を表わす。)で示されるボリアルキレングリコールエステル系単位(III)と、一般式(5) 【化5】

50

(但し、式中R¹¹は水素又はメチル基を表わし、M¹は 水素、一価金属、二価金属、アンモニウム又は有機アミンを表わす。)で示されるモノカルボン酸単位(IV) を含むセメント分散剤用ボリカルボン酸の製造方法にお 10 いて、繰り返し単位(III)を与えるポリアルキレン グリコールエステル系単量体を一般式(6) 【化6】

$$HO - (R^{IO}O) s - R^{II} ---- (6)$$

(但し、式中R^{1°}Oは炭素数2~4のオキシアルキレン基の1種又は2種以上の混合物を表わし、2種以上の場合はブロック状に付加していてもランダム状に付加していても良く、R¹¹は炭素数1~22のアルキル基、フェニル基又はアルキルフェニル基(アルキルフェニル基中のアルキル基の炭素数は1~22である)を表わし、sは1~300の整数を表わす。)で示されるポリアルキレングリコール(6)と(メタ)アクリル酸とのエステル化または該ポリアルキレングリコール(6)と(メタ)アクリル酸アルキルエステル((メタ)アクリル酸アルキルエステル((メタ)アクリル酸アルキルエステル(のアルキル基の炭素数は1~22である)とのエステル交換により製造する際に、一般式(7)

【化7】

$$HO-R^{1}$$
 ---- (7)

(R¹¹は炭素数1~22のアルキル基、フェニル基又は 30 アルキルフェニル基(アルキルフェニル基中のアルキル 基の炭素数は1~22である)を表わす。)で示される アルコール (B-2) に炭素数2~4のアルキレンオキ シドを80~155℃の範囲で付加反応させて得られた ポリアルキレングリコール (6) を用いることを特徴とするセメント分散剤用ポリカルボン酸の製造方法。

【請求項6】アルキレンオキシドの付加反応を塩基触媒の存在下に行なうことを特徴とする請求項3~5のいずれかに記載のセメント分散剤用ボリカルボン酸の製造方法。

【請求項7】請求項3~6のいずれかに記載の製造方法 によって得られたセメント分散剤用ポリカルボン酸を含 有してなるセメント分散剤。

【請求項8】少なくとも、水とセメントとセメント分散 剤とを含んでなるセメント組成物において、前記セメント分散剤として、請求項1、2又は7記載のセメント分 散剤を含有することを特徴とするセメント組成物。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、セメント分散剤、

セメント分散剤用ポリカルボン酸の製造方法およびセメント組成物に関する。詳しくは、特定の温度範囲でアルキレンオキシドを付加反応したポリアルキレングリコールエステル系単量体もしくはポリアルキレングリコールエーテル系単量体を用いて合成したセメント分散剤であって、高い減水率を達成できるセメント分散剤、そのようなセメント分散剤用のポリカルボン酸の製造方法およびセメント組成物に関する。

[0002]

【従来の技術】昨今のコンクリート業界では、コンクリート建造物の耐久性と強度の向上が強く求められ、単位水量の低減が重要な課題であり、高性能AE減水剤の開発が各混和剤メーカーで精力的に行われている。これらの中で、ボリカルボン酸系高性能AE減水剤は、他のナフタレン系等の高性能AE減水剤では達成できない極めて高い減水性を発揮するという優れた特徴を有するが、減水性能は未だ十分ではない。

[0003]

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、減水 20 性能を改善するセメント分散剤、セメント分散剤用ポリ カルボン酸の製造方法およびセメント組成物を提供する ことにある。

[0004]

【課題を解決するための手段】本発明者らは、特定の製造方法で得られたセメント分散剤用ポリカルボン酸が高い減水性能を発揮する優れたセメント分散剤であることを見い出し本発明を完成するに到った。即ち本発明は、高い減水性能を発揮するセメント分散剤、セメント分散剤用ポリカルボン酸の製造方法およびセメント組成物を提供するものである。上記諸目的は、(1)アルキレンオキシドを80~155℃の範囲で付加してなるポリアルキレングリコールを側鎖に有するポリカルボン酸を含有してなるセメント分散剤によって達成される。

【0005】また、本発明は、(2)ポリアルキレングリコールを側鎖に有するポリアルキレングリコール系単量体単位とカルボン酸系単量体単位を含むポリカルボン酸を含有してなるセメント分散剤であって、該ポリアルキレングリコール系単量体単位を与えるポリアルキレングリコール系単量体として、分子量分布のメインピークの高分子量側にピークを有しないか、または、ピークを有する場合には、前記高分子量側のピークとメインピークの合計面積に対する前記高分子量側のピークの面積が8%以下のものを用いてなることを特徴とするセメント分散剤によっても達成される。

【0006】また、本発明は、(3)活性水素含有化合物にアルキレンオキシドを80~155℃の範囲で付加させることを特徴とするボリアルキレングリコールを側鎖に有するセメント分散剤用ボリカルボン酸の製造方法によっても達成される。さらに、(4)繰り返し単位と50 して、一般式(1)

【0008】(但し、式中R1~R3はそれぞれ独立に水 素又はメチル基を表わし、R'Oは炭素数2~4のオキ シアルキレン基の1種又は2種以上の混合物を表わし、 2種以上の場合はブロック状に付加していてもランダム 状に付加していても良く、R⁶は水素又は炭素数1~2 2のアルキル基、フェニル基又はアルキルフェニル基 (アルキルフェニル基中のアルキル基の炭素数は1~2 2である) を表わし、R¹は-CH₂-、-(CH₂)₂-又は-C(CH₁),-を表わし、pは1~300の整数 を表わす。)で示されるポリアルキレングリコールエー テル系単位(I)と、一般式(2)

【0010】(但し、式中M1、M2はそれぞれ独立に水 素、一価金属、二価金属、アンモニウム又は有機アミン を表わし、Xは-OM'又は-Y-(R'O), R*を表わ し、Yは-O-又は-NH-を表わし、R'Oは炭素数 $2\sim4$ のオキシアルキレン基の1種又は2種以上の混合 30 キル基の炭素数は $1\sim22$ である)を表わし、sは $1\sim$ 物を表わし、2種以上の場合はブロック状に付加してい てもランダム状に付加していても良く、R®は水素、炭 素数1~22のアルキル基、フェニル基、アミノアルキ ル基、アルキルフェニル基又はヒドロキシルアルキル基 (アミノアルキル基、アルキルフェニル基、ヒドロキシ ルアルキル基中のアルキル基の炭素数は1~22であ る)を表わし、rは0~300の整数を表わす。但し、 M¹が結合している酸素と、Xが結合している炭素とが 結合して酸無水物基(-CO-O-CO-)を構成して いるものを含む。この場合M¹とXは存在しない。)で 示されるジカルボン酸系単位(II)を含むセメント分 散剤用ポリカルボン酸の製造方法において、繰り返し単 位である一般式(I)を与えるポリアルキレングリコー ルエーテル系単量体として一般式(3)

[0011] 【化10】

$$R^{1} R^{2}$$
 $C = C \qquad ---- (3)$
 $R^{3} R^{4} + OH$

【0012】(但し、式中R'~R'はそれぞれ独立に水 素又はメチル基を表わし、R*は-CH2-、-(C H,), -又は-C(CH,), -を表わす。) で示される 10 不飽和アルコール (B-1) に炭素数2~4のアルキレ ンオキシドを80~155℃の範囲で付加反応させると とにより得られるポリアルキレングリコールエーテル系 単量体を用いることを特徴とするセメント分散剤用ポリ カルボン酸の製造方法によって達成される。さらにま た。(5)繰り返し単位として、一般式(4) [0013]

[(£11]]

$$R^{9}$$
 I
 $-(CH_2-C) I$
 $COO(R^{10}O) sR^{11}$

【0014】(但し、式中R*は水素又はメチル基を表 わし、R1ºOは炭素数2~4のオキシアルキレン基の1 種又は2種以上の混合物を表わし、2種以上の場合はブ ロック状に付加していてもランダム状に付加していても 良く、R¹¹は炭素数1~22のアルキル基、フェニル基 又はアルキルフェニル基 (アルキルフェニル基中のアル 300の整数を表わす。) で示されるポリアルキレング リコールエステル系単位(III)と、一般式(5) [0015]

【0016】(但し、式中R11は水素又はメチル基を表 わし、M'は水素、一価金属、二価金属、アンモニウム 又は有機アミンを表わす。)で示されるモノカルボン酸 単位(IV)を含むセメント分散剤用ポリカルボン酸の 製造方法において、繰り返し単位(III)を与えるポ リアルキレングリコールエステル系単量体を一般式

(6) [0017] 【化13】 $HO - (R^{10}O) s - R^{11} --- (6)$

【0018】(但し、式中R1°Oは炭素数2~4のオキ シアルキレン基の1種又は2種以上の混合物を表わし、 2種以上の場合はブロック状に付加していてもランダム 状に付加していても良く、R11は炭素数1~22のアル キル基、フェニル基又はアルキルフェニル基(アルキル フェニル基中のアルキル基の炭素数は1~22である) を表わし、sは $1\sim300$ の整数を表わす。) で示され るポリアルキレングリコール(6)と(メタ)アクリル 酸とのエステル化または該ポリアルキレングリコール

(6)と(メタ)アクリル酸アルキルエステル((メ タ)アクリル酸アルキルエステル中のアルキル基の炭素 数は1~22である)とのエステル交換により製造する 際に、一般式(7)

[0019]

【化14】

HO-R11 ---- (7)

【0020】(R11は炭素数1~22のアルキル基、フ ェニル基又はアルキルフェニル基(アルキルフェニル基 中のアルキル基の炭素数は1~22である)を表わ す。)で示されるアルコール(B-2)に炭素数2~4 のアルキレンオキシドを80~155℃の範囲で付加反 応させて得られたポリアルキレングリコール(6)を用 いることを特徴とするセメント分散剤用ポリカルボン酸 の製造方法によっても達成される。さらにまた、(6) アルキレンオキシドの付加反応を塩基触媒の存在下に行 なうことを特徴とする上記(3)~(5)のいずれかに 示されるセメント分散剤用ポリカルボン酸の製造方法に よっても達成される。

【0021】さらにまた、(7)上記(3)~(6)に 示されるのいずれかの製造方法によって得られたセメン 30 種又は2種以上を用いることができる。 ト分散剤用ポリカルボン酸を含有してなるセメント分散 剤によっても達成される。さらにまた、(8)少なくと も、水とセメントとセメント分散剤とを含んでなるセメ ント組成物において、前記セメント分散剤として、

(1)、(2)又は(7)に示されるセメント分散剤を 含有することを特徴とするセメント組成物によっても達 成される。

[0022]

【発明の実施の形態】活性水素含有化合物にアルキレン オキシドを付加させてなるポリアルキレングリコールを 40 側鎖に有するポリカルボン酸としては、繰り返し単位

- (Ⅰ)と(ⅠⅠ)とを含むポリカルボン酸、および、繰 り返し単位(III)と(IV)とを含むポリカルボン 酸が挙げられる。繰り返し単位(Ⅰ)は前記一般式
- (1)で示されるものである。このような繰り返し単位 を与える単量体としては、例えばアリルアルコール、メ タリルアルコール、3-メチル-3-ブテン-1-オー ル、3-メチル-2-ブテン-1-オール、2-メチル -3-ブテン-2-オール等の不飽和アルコールにアル キレンオキシドを $1 \sim 3 \circ 0$ のモル付加した化合物を挙げ 50 も好ましいが、重合性と親水性の面からは、 $1 \sim 1 \circ 1$

ることができ、これらの1種又は2種以上を用いること ができる。

【0023】高い減水性能を得る為には、繰り返し単位 ([) が含有するポリアルキレングリコール鎖による立 体反発と親水性でセメント粒子を分散させることが重要 である。その為には、ポリアルキレングリコール鎖には オキシエチレン基が多く導入されることが好ましい。ま た、オキシアルキレン基の平均付加モル数が1~300 のポリアルキレングリコール鎖を用いることが最も好ま 10 しいが、重合性と親水性の面からは、1~100、もし くは5~100のポリアルキレングリコール鎖が適当で ある。繰り返し単位(11)は前記一般式(2)で示さ れるものである。繰り返し単位(II)を与える単量体 の例としては、マレイン酸、無水マレイン酸、マレイン 酸と炭素数1~22のアルコールとのハーフエステル、 マレイン酸と炭素数1~22のアミンとのハーフアミ ド、マレイン酸と炭素数1~22のアミノアルコールと のハーフアミドもしくはハーフエステル、これらのアル コールに炭素数2~4のオキシアルキレンを1~300 20 モル付加させた化合物(C)とマレイン酸とのハーフエ ステル、該化合物(C)の片末端の水酸基をアミノ化し た化合物とマレイン酸とのハーフアミド、マレイン酸と 炭素数2~4のグリコールもしくはこれらのグリコール の付加モル数2~100のポリアルキレングリコールと のハーフエステル、マレアミン酸と炭素数2~4のグリ コールもしくはこれらのグリコールの付加モル数2~1 00のポリアルキレングリコールとのハーフアミド、並 びにそれらの一価金属塩、二価金属塩、アンモニウム塩 及び有機アミン塩、等を挙げることができ、これらの1

【0024】繰り返し単位(III)は前記一般式

(4)で示されるものである。繰り返し単位(III) を与える単量体の例としては、メトキシポリエチレング リコールモノ (メタ) アクリレート、メトキシポリプロ ピレングリコールモノ (メタ) アクリレート、メトキシ ポリエチレングリコールポリプロピレングリコールモノ (メタ) アクリレート、メトキシポリブチレングリコー ルモノ (メタ) アクリレート、メトキシポリエチレング リコールポリブチレングリコールモノ(メタ)アクリレ ート等のアルコキシポリアルキレングリコールと(メ タ)アクリル酸とのエステル化物を挙げることができ、 これらの1種又は2種以上を用いることができる。

【0025】高い減水性能を得る為には、繰り返し単位 ([]]) が含有するポリアルキレングリコール鎖によ る立体反発と親水性でセメント粒子を分散させることが 重要である。その為には、ポリアルキレングリコール鎖 にはオキシエチレン基が多く導入されることが好まし い。また、オキシアルキレン基の平均付加モル数が1~ 300のポリアルキレングリコール鎖を用いることが最

0、もしくは5~100のポリアルキレングリコール鎖 が適当である。繰り返し単位(IV)は前記一般式

(5)で示されるものである。繰り返し単位(IV)を 与える単量体の例としては、(メタ)アクリル酸並びに これらの一価金属塩、二価金属塩、アンモニウム塩及び 有機アミン塩を挙げることができ、これらの1種又は2 種以上を用いることができる。

【0026】必要に応じて、繰り返し単位(1)、(1 1)以外の繰り返し単位(V)を導入することができ る。繰り返し単位(V)を与える単量体の例としては、 フマル酸、イタコン酸、シトラコン酸などの不飽和ジカ ルボン酸類並びにこれらの一価金属塩、二価金属塩、ア ンモニウム塩、有機アミン塩およびこれらの酸と炭素数 1~20のアルキルアルコールおよび炭素数2~4のグ リコールもしくはこれらのグリコールの付加モル数2~ 100のポリアルキレングリコールとのモノエステル 類、ジエステル類;マレイン酸と炭素数1~20のアル キルアルコールおよび炭素数2~4のグリコールもしく はこれらのグリコールの付加モル数2~100のポリア ル酸ならびにとれらの一価金属塩、二価金属塩、アンモ ニウム塩、有機アミン塩およびこれらの酸と炭素数1~ 20のアルキルアルコールおよび炭素数2~4のグリコ ールもしくはこれらのグリコールの付加モル数2~10 0のポリアルキレングリコールとのエステル類; スルホ エチル (メタ) アクリレート、2-メチルプロパンスル ホン酸(メタ)アクリルアミド、スチレンスルホン酸等 の不飽和スルホン酸類、並びにこれらの一価金属塩、二 価金属塩、アンモニウム塩及び有機アミン塩;(メタ) アクリルアミド、(メタ)アクリルアルキルアミド等の 30 る。ボリアルキレングリコール(6)は前記一般式 不飽和アミド類:酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル等の ビニルエステル類;スチレン等の芳香族ビニル類;等を 挙げることができ、これらの1種又は2種以上を用いる ことができる。

【0027】必要に応じて、繰り返し単位(III)、 (IV) 以外の繰り返し単位(VI) を導入することが できる。繰り返し単位(VI)を与える単量体の例とし ては、マレイン酸、フマル酸、イタコン酸、シトラコン 酸などの不飽和ジカルボン酸類並びにこれらの一価金属 塩、二価金属塩、アンモニウム塩、有機アミン塩および、40、ル、ペンタノール、イソブタノール、イソプロバノー これらの酸と炭素数1~20のアルキルアルコールおよ び炭素数2~4のグリコールもしくはこれらのグリコー ルの付加モル数2~100のポリアルキレングリコール とのモノエステル類、ジエステル類;(メタ)アクリル 酸と炭素数1~20のアルキルアルコールとのエステル 類:スルホエチル(メタ)アクリレート、2-メチルプ ロバンスルホン酸 (メタ) アクリルアミド、スチレンス ルホン酸等の不飽和スルホン酸類、並びにこれらの一価 金属塩、二価金属塩、アンモニウム塩及び有機アミン

ルアミド等の不飽和アミド類;酢酸ビニル、ブロピオン 酸ビニル等のビニルエステル類;スチレン等の芳香族ビ ニル類;等を挙げることができ、これらの1種又は2種 以上を用いることができる。

【0028】繰り返し単位(Ⅰ)を与える単量体は活性 水素含有化合物である不飽和アルコール(B-1)と炭 素数2~4のアルキレンオキシドとの付加反応から製造 することができ、繰り返し単位(III)を与える単量 体は活性水素含有化合物であるアルコール (B-2) と 10 炭素数2~4のアルキレンオキシドとの付加反応により 得られたポリアルキレングリコール(6)と(メタ)ア クリル酸とのエステル化または該ポリアルキレングリコ ール(6)と(メタ)アクリル酸アルキルエステルとの エステル交換により得られる。このような(メタ)アク リル酸アルキルエステルの例としては、例えば、(メ タ) アクリル酸メチル、(メタ) アクリル酸エチル、 (メタ) アクリル酸プロビル、(メタ) アクリル酸ブチ ル、(メタ)アクリル酸イソプロピル、(メタ)アクリ ル酸イソブチル、(メタ)アクリル酸ペンチル、(メ ルキレングリコールとのジエステル類; (メタ) アクリ 20 タ) アクリル酸ヘキシル、(メタ)アクリル酸ヘブチル を挙げることができ、これらの1種または2種以上を用 いることができる。

> 【0029】不飽和アルコール(B-1)は前記一般式 (3) で示されるものである。不飽和アルコール(B-1) の例としては、例えばアリルアルコール、メタリル アルコール、3-メチル-3-ブテン-1-オール、3 -メチル-2-ブテン-1-オール、2-メチル-3-ブテン-2-オール等の不飽和アルコールを挙げること ができ、これらの1種又は2種以上を用いることができ (6) で示されるものである。例としては、メトキシポ リエチレングリコール、メトキシポリプロピレングリコ ール、メトキシポリエチレングリコールポリプロピレン グリコール、メトキシポリブチレングリコール等を挙げ ることができ、これらの1種又は2種以上を用いること ができる。

【0030】アルコール(B-2)は前記一般式(7) で示されるものである。例としては、メチルアルコー ル、エチルアルコール、プロピルアルコール、ブタノー ル、フェノール等が挙げられ、これらの1種又は2種以 上を用いることができる。炭素数2~4のアルキレンオ キシドとしては、エチレンオキシド、プロピレンオキシ ド、ブチレンオキシド等が挙げられ、これらの1種又は 2種以上を用いることができる。不飽和アルコール (B -1)と炭素数2~4のアルキレンオキシドとの付加反 応、および、アルコール(B-2)と炭素数2~4のア ルキレンオキシドとの付加反応における付加温度は80 ~155 °Cの範囲内でなくてはならず、90~150°C 塩;(メタ)アクリルアミド、(メタ)アクリルアルキ 50 の範囲内が好ましく、さらに好ましくは100~140

℃の範囲内である。即ち、繰り返し単位(Ⅰ)と(Ⅰ I)を含む本発明のポリカルボン酸および繰り返し単位 (ⅠⅠⅠ)と(ⅠV)を含む本発明のポリカルボン酸で は、155℃を超える高温で付加反応させた単量体を用 いて得られる共重合体では、単量体の重合性が低く、し かも重量平均分子量も所望の値まで自在に上がらず、そ の結果セメント分散剤として用いた場合に、過大な添加 量が必要で採算が合わず、減水性能も低く、スランプロ ス防止効果も低い。逆に80℃よりも低い温度では付加 速度が遅く、生産性が低下する。このように付加反応温 10 度にセメント分散剤の性能としての最適範囲があること

11

【0031】このような本発明のポリカルボン酸のポリ アルキレングリコール系単量体単位(繰り返し単位

の理由は不明であるが、驚くべきことではある。

(I)のポリアルキレングリコールエーテル系単量体単 位、繰り返し単位(III)のポリアルキレングリコー ルエステル系単量体単位等)を与えるポリアルキレング リコール系単量体(不飽和アルコール(B-1)にアル キレンオキシドを付加してなるポリアルキレングリコー ルエーテル系単量体、アルコール (B-2) にアルキレ ンオキシドを付加して得られるポリアルキレングリコー ルと(メタ)アクリル酸とのエステル化または該ポリア ルキレングリコールアルコールと (メタ) アクリル酸ア ルキルエステルとのエステル交換により得られるポリア ルキレングリコールエステル系単量体等)としては、分 子量分布のメインピークの髙分子量側にピークを有しな いか、または有する場合には、前記高分子量側のピーク とメインピークの合計面積に対する前記髙分子量側のピ ークの面積が8%以下のもの、好ましくは、6%以下の ものを用いる。該髙分子量側のピークは、活性水素含有 30 化合物にアルキレンオキシドを付加する際に一部重合が 起きてオリゴマー等が生成すること等に起因すると考え られる。この付加温度が高くなるにつれ該高分子量側の ピークの面積比が大きくなり、付加温度が155℃を超 えると面積比が8%を超え、カルボン酸系単量体との共 重合において分子量が上がりにくくなり、上記したよう な欠点が見られるようになる。前記高分子量側のピーク の形状としては、メインピークと独立したピークに限定 されず、メインピークと一部重なっていてもよく、該高 分子量側のピークがメインピークの肩を形成するような 40 肩状ピークとなっているものも含まれる。

【0032】本発明のセメント分散剤用ポリカルボン酸 を得るには、重合開始剤を用いて前記単量体成分を共重 合させれば良い。セメント分散剤用ポリカルボン酸は、 溶液重合や塊状重合などの公知の方法で行うことができ る。溶液重合は回分式でも連続式でも行なうことがで き、その際に使用される溶媒としては、水;メチルアル コール、エチルアルコール、イソプロピルアルコール等 のアルコール;ベンゼン、トルエン、キシレン、シクロ 素;酢酸エチル等のエステル化合物;アセトン、メチル エチルケトン等のケトン化合物等が挙げられるが、原料 単量体及び得られるセメント分散剤用ポリカルボン酸の 溶解性から、水及び炭素数1~4の低級アルコールより なる群から選ばれた少なくとも1種を用いることが好ま しく、その中でも水を溶媒に用いるのが、脱溶剤工程を 省略できる点で更に好ましい。無水マレイン酸を共重合 に用いる場合、有機溶剤を用いた重合が好ましい。

【0033】水溶液重合を行なう場合は、重合開始剤と して、アンモニア又はアルカリ金属の過硫酸塩;過酸化 水素;アゾビス-2メチルプロピオンアミジン塩酸塩等 のアゾアミジン化合物、等の水溶性の重合開始剤が使用 され、この際、亜硫酸水素ナトリウム、モール塩等の促 進剤を併用することもできる。また、低級アルコール、 芳香族或いは脂肪族炭化水素、エステル化合物、或いは ケトン化合物を溶媒とする溶液重合には、ベンゾイルパ ーオキシド、ラウロイルパーオキシド等のパーオキシ ド:クメンハイドロパーオキシド等のハイドロパーオキ シド;アゾイソブチロニトリル等のアゾ化合物、等が重 20 合開始剤として用いられる。この際アミン化合物等の促 進剤を併用することもできる。更に、水-低級アルコー ル混合溶媒を用いる場合には、上記の種々の重合開始剤 或いは重合開始剤と促進剤の組み合わせの中から適宜選 択して用いることができる。

【0034】塊状重合は、重合開始剤としてベンゾイル パーオキシド、ラウロイルパーオキシド等のパーオキシ ド;クメンハイドロバーオキシド等のハイドロバーオキ シド;アゾイソブチロニトリル等のアゾ化合物、等を用 い、50~200℃の温度範囲内で行なわれる。このよ うにして得られたセメント分散剤用ポリカルボン酸は、 そのままでもセメント分散剤の主成分として用いられる が、必要に応じて、更に共重合体をアルカリ性物質で中 和して用いても良い。このようなアルカリ性物質として は、一価金属及び二価金属の水酸化物、塩化物及び炭酸 塩等の無機塩:アンモニア:有機アミン等が好ましいも のとして挙げられる。無水マレイン酸を共重合に用いた 場合、得られた共重合体をそのままセメント分散剤とし て用いてもよいし、加水分解して用いてもよい。

【0035】セメント分散剤用ポリカルボン酸の繰り返 し単位は、重量比で、(I)/(II)/(V)=1~ 99/99~1/0~50、好ましくは(1)/(1 Ⅰ)/(Ⅴ)=50~99/50~1/0~49、更に 好ましくは(I)/(II)/(V)= $60\sim95/4$ $0\sim5/0\sim30$ 、更に好ましくは(I)/(II)/ $(V) = 70 \sim 95 / 30 \sim 5 / 0 \sim 10$ の範囲である ことが好ましい。また、重量比で、(I I I) / (I $V)/(VI) = 1 \sim 99/99 \sim 1/0 \sim 50$ 、好ま しくは(III)/(IV)/(VI)=50~99/ 50~1/0~49、更に好ましくは(III)/(I ヘキサン、n-ヘキサン等の芳香族或いは脂肪族炭化水 50 V)/(VI)=60~95/40~5/0~30、更 に好ましくは(III)/(IV)/(VI)=70~ 95/30~5/0~10の範囲であることが好まし い。また、セメント分散剤用ポリカルボン酸の重量平均 分子量は、5,000~200,000、好ましくは1 0.000~100.000である。これらの成分比率 と重量平均分子量の範囲を外れると高い減水性能とスラ

ンプロス防止性能を発揮するセメント分散剤が得られな

13

【0036】用いられるセメントに制限はないが、普通 メント等の水硬セメントが一般的である。セメント分散 剤用ポリカルボン酸は、これらそれぞれの単独または混 合物を水溶液の形態でそのままセメント分散剤の主成分 として使用することができるし、他の公知のセメント混 和剤と組み合わせて使用しても良い。このような公知の セメント混和剤としては、例えば従来のセメント分散 剤、空気連行剤、セメント湿潤剤、膨張材、防水剤、遅 延剤、急結剤、水溶性高分子物質、増粘剤、凝集剤、乾 燥収縮低減剤、強度増進剤、硬化促進剤、消泡剤等を挙 げることができる。

【0037】本発明のセメント組成物は、少なくとも、 水とセメントとセメント分散剤とを含み、セメント分散 剤として本発明のセメント分散剤用ポリカルボン酸を含 有するものである。セメント分散剤用ポリカルボン酸 は、セメント組成物中でセメント重量の0.01~1. 0%、好ましくは0.02~0.5%となる比率の量を 添加すれば良い。この添加により、単位水量の低減、強 度の増大、耐久性の向上、等の各種の好ましい諸効果が もたらされる。使用量が0.01%未満では性能的に不 の効果は実質上頭打ちとなり経済性の面からも不利とな る。

【0038】本発明のセメント組成物を作製する方法と しては、特に限定はされないが、従来のセメント組成物 と同様の方法、たとえば、セメントと水と必要に応じそ の他の配合材料とを混合する時にセメント分散剤、その 水分散液または水溶液を配合して一緒に混合する方法; セメントと水と必要に応じその他の配合材料とを予め混 合しておき、得られた混合物にセメント分散剤、その水 分散液または水溶液を添加混合する方法;セメントと必 40 要に応じその他の配合材料とを予め混合しておき、得ら れた混合物にセメント分散剤、その水分散液または水溶 液と水とを添加混合する方法;セメントと、セメント分 散剤、その水分散液または水溶液と、必要に応じその他 の配合材料とを予め混合しておき、得られた混合物に水 を添加混合する方法等が挙げられる。

【0039】なお、セメント分散剤がポリカルボン酸以 外の分散剤をも含む場合には、ポリカルボン酸とその他 の分散剤を別々に添加することもできる。セメント組成 物の形態としては、セメント水ペースト(セメント水ス 50 (不飽和アルコール系単量体のアルキレンオキシド付加

ラリー)、モルタルまたはコンクリート等が挙げられ る。セメント水ペーストはセメントと水とセメント分散 剤とを必須成分として含む。モルタルは、上記セメント 水ペーストに、さらに砂を必須成分として含む。コンク リートは、上記モルタルに、さらに石を必須成分として 含む。

[0040]

【実施例】以下に実施例を挙げ、本発明を更に具体的に 説明するが、本発明はこれだけに限定されるものではな ボルトランドセメント、アルミナセメント、各種混合セ 10 い。なお、例中、特にことわりのない限り、%は重量% を、また、部は重量部を表すものとする。以下の実施例 1、2、比較例1において分子量分布は、次の条件にし たがい測定した。

[分子量分布測定]

東ソー (株) 製 GPC HLC-8020 機種 溶離液 種類 テトラヒドロフラン

流量 1.0(m1/min)

カラム 種類 東ソー (株) 製TSKgel G400 00HXL+G3000HXL+G3000HXL+G 20 2000HXL

各 7.8mll.D ×300ml

検量線 ポリスチレン基準

また、実施例4~6、比較例3、4において分子量分布 は、ポリエチレングリコール換算で測定した。

<<実施例1>>

(不飽和アルコール系単量体のアルキレンオキシド付加 物(1)(ポリアルキレングリコールエーテル系単量体 (1))の製造)温度計、撹拌機、窒素及び酸素導入管 を備えたステンレス製高圧反応器に3-メチル-3-ブ 十分であり、逆に1.0%を超える量を使用しても、そ 30 テン-1-オール999部、水素化ナトリウム5部を仕 込み、撹拌下に反応容器内を窒素置換し、窒素雰囲気下 で140℃まで加熱した。そして、安全圧下で140℃ を保持したままエチレンオキシド5117部を5時間で 反応器内に導入し、その後2時間その温度を保持してア ルキレンオキシド付加反応を完結させ、3-メチル-3 - ブテン-1-オールに平均10モルのエチレンオキシ ドを付加した不飽和アルコール(以下IPN-10と称 す。)を得た。続いてこの反応器を50℃まで冷却し、 IPN-10を3198部抜き出した後、窒素雰囲気下 で140℃まで加熱した。そして、安全圧下で140℃ を保持したままエチレンオキシド6302部を8時間で 反応器内に導入し、その後2時間その温度を保持してア ルキレンオキシド付加反応を完結させ、3-メチル-3 - ブテン-1-オールに平均35モルのエチレンオキシ ドを付加した不飽和アルコール(以下、IPN-35と 称す。)を得た。メインピークの高分子量側の肩状ピー クの面積比は4.70%であった。GPCチャートを図 1 に示す。

<<実施例2>>

物(2)(ポリアルキレングリコールエーテル系単量体 (2))の製造)温度計、撹拌機、窒素及び酸素導入管 を備えたステンレス製高圧反応器に3-メチルー3-ブ テン-1-オール999部、水素化ナトリウム5部を仕 込み、撹拌下に反応容器内を窒素置換し、窒素雰囲気下 で100℃まで加熱した。そして、安全圧下で100℃ を保持したままエチレンオキシド5117部を8時間で 反応器内に導入し、その後2.5時間その温度を保持し てアルキレンオキシド付加反応を完結させ、3-メチル - 3 - ブテン - 1 - オールに平均10モルのエチレンオ 10 キシドを付加した不飽和アルコール(以下 I P N - 1 0 と称す。)を得た。続いてこの反応器を50℃まで冷却 し、IPN-10を3198部抜き出した後、窒素雰囲 気下で100℃まで加熱した。そして、安全圧下で10 0 ℃を保持したままエチレンオキシド6302部を10 時間で反応器内に導入し、その後3時間その温度を保持 してアルキレンオキシド付加反応を完結させ、3-メチ ルー3-ブテン-1-オールに平均35モルのエチレン オキシドを付加した不飽和アルコール(以下、IPN-35と称す。)を得た。メインピークの高分子量側の肩 20 <<比較例2>> 状ピークの面積比は2.89%であった。GPCチャー トを図2に示す。

<<比較例1>>

(比較不飽和アルコール系単量体のアルキレンオキシド 付加物(1)(比較ポリアルキレングリコールエーテル 系単量体(1))の製造)温度計、撹拌機、窒素及び酸 素導入管を備えたステンレス製高圧反応器に3-メチル -3-ブテン-1-オール999部、水素化ナトリウム 5 部を仕込み、撹拌下に反応容器内を窒素置換し、窒素 160℃を保持したままエチレンオキシド5117部を 4時間で反応器内に導入し、その後1時間その温度を保 持してアルキレンオキシド付加反応を完結させ、3-メ チルー3-ブテン-1-オールに平均10モルのエチレ ンオキシドを付加した不飽和アルコール(以下IPN-10と称す。)を得た。続いてこの反応器を50℃まで 冷却し、IPN-10を3198部抜き出した後、窒素 雰囲気下で160℃まで加熱した。そして、安全圧下で 160℃を保持したままエチレンオキシド6302部を 6時間で反応器内に導入し、その後1時間その温度を保 40 キシボリエチレングリコールのメタクリル酸エステル 持してアルキレンオキシド付加反応を完結させ、3-メ チルー3-ブテンー1-オールに平均35モルのエチレ ンオキシドを付加した不飽和アルコール(以下、IPN -35と称す。)を得た。メインピークの高分子量側の 肩状ピークの面積比は11.86%であった。GPCチ ャートを図3に示す。

<<実施例3>>

(ポリアルキレングリコールのメタクリル酸エステル (1) (ポリアルキレングリコールエステル系単量体

(1))の製造)温度計、撹拌機、窒素及び酸素導入管 50 4.2 部を仕込み、撹拌下で60℃まで加熱した。そし

を備えたステンレス製高圧反応器にメタノール8.2 部、水酸化ナトリウム0.2部を仕込み、撹拌下に反応 容器内を窒素置換し、窒素雰囲気下で120℃まで加熱 した。そして、安全圧下で120℃を保持したままエチ レンオキシド116. 6部を1時間で反応容器内に導入 し、その後1時間その温度を保持してアルキレンオキシ ド付加反応を完結させ、メタノールに平均3モルのエチ レンオキシドを付加したアルコールを得た。続いて15 5℃まで加熱して、エチレンオキシド855部を安全圧 下に3時間で反応容器内に導入した。その後1時間その 温度を保持してアルキレンオキシド付加反応を完結さ せ、メタノールに平均25モルのエチレンオキシドを付 加したメトキシポリエチレングリコール(以下、PGM -25と称す。)を得た。

【0041】上記PGM-25とメタクリル酸とを、常 法にしたがいエステル化反応を行なうことにより、メト キシポリエチレングリコールのメタクリル酸エステル (メトキシポリエチレングリコールモノメタクリレー ト)を得た。

(比較ポリアルキレングリコールのメタクリル酸エステ ル(1)(比較ポリアルキレングリコールエステル系単 量体(1))の製造)温度計、撹拌機、窒素及び酸素導 入管を備えたステンレス製髙圧反応器にメタノール8. 2部、水酸化ナトリウム0.2部を仕込み、撹拌下に反 応容器内を窒素置換し、窒素雰囲気下で120℃まで加 熱した。そして、安全圧下で120℃を保持したままエ チレンオキシド116.6部を1時間で反応容器内に導 入し、その後1時間その温度を保持してアルキレンオキ 雰囲気下で160℃まで加熱した。そして、安全圧下で 30 シド付加反応を完結させ、メタノールに平均3モルのエ チレンオキシドを付加したアルコールを得た。続いて1 70℃まで加熱して、エチレンオキシド855部を安全 圧下に3時間で反応容器内に導入した。その後1時間そ の温度を保持してアルキレンオキシド付加反応を完結さ せ、メタノールに平均25モルのエチレンオキシドを付 加したメトキシポリエチレングリコール(以下、PGM - 2 5 と称す。)を得た。

> 【0042】上記PGM-25とメタクリル酸とを、常 法にしたがいエステル化反応を行なうことにより、メト (メトキシポリエチレングリコールモノメタクリレー ト)を得た。

<<実施例4>>

(セメント分散剤用ポリカルボン酸(1)の製造)温度 計、撹拌機、滴下ロート、窒素導入管及び還流冷却器を 備えたガラス製反応容器に実施例1で製造した3-メチ ルー3-ブテン-1-オールに平均35モルのエチレン オキシドを付加した不飽和アルコール(以下、IPN-35と称す。) 50部、マレイン酸6. 4部、及び水2

て6%過硫酸アンモニウム水溶液14.3部を3時間で 滴下し、その後、1時間その温度を保持して共重合反応 を完結させ、30%NaOH水溶液を滴下してpH7. 0まで中和し、重量平均分子量33,400の共重合体 水溶液からなる本発明のセメント分散剤用ポリカルボン 酸(1)を得た。

17

<<実施例5>>

(セメント分散剤用ポリカルボン酸(2)の製造)温度 計、撹拌機、滴下ロート、窒素導入管及び還流冷却器を 備えたガラス製反応容器に実施例2で製造した3-メチ 10 <<比較例4>> ルー3-ブテン-1-オールに平均35モルのエチレン オキシドを付加した不飽和アルコール(以下、IPN-35と称す。) 50部、マレイン酸6. 4部、及び水2 4. 2部を仕込み、撹拌下で60℃まで加熱した。そし て6%過硫酸アンモニウム水溶液14.3部を3時間で 滴下し、その後、1時間その温度を保持して共重合反応 を完結させ、30%NaOH水溶液を滴下してpH7. 0まで中和し、重量平均分子量45,500の共重合体 水溶液からなる本発明のセメント分散剤用ポリカルボン 酸(2)を得た。

<<比較例3>>

(比較セメント分散剤用ポリカルボン酸(1)の製造) 温度計、撹拌機、滴下ロート、窒素導入管及び還流冷却 器を備えたガラス製反応容器に比較例1で製造した3-メチルー3ープテンー1ーオールに平均35モルのエチ レンオキシドを付加した不飽和アルコール(以下、IP N-35と称す。) 50部、マレイン酸6. 4部、及び 水24.2部を仕込み、撹拌下で60℃まで加熱した。 そして6%過硫酸アンモニウム水溶液14.3部を3時 間で滴下し、その後、1時間その温度を保持して共重合 30 反応を完結させ、30%NaOH水溶液を滴下してpH 7. 0まで中和し、重量平均分子量15,300の共重 合体水溶液からなる比較セメント分散剤用ポリカルボン 酸(1)を得た。

<<実施例6>>

(セメント分散剤用ポリカルボン酸(3)の製造)温度 計、撹拌機、滴下ロート、窒素導入管及び還流冷却器を 備えたガラス製反応容器に水120部を仕込み、撹拌下 に反応容器内を窒素置換し、窒素雰囲気下で80℃まで 加熱した。次に、実施例3で製造したメトキシポリエチ*40 【表1】

*レングリコールモノメタクリレート50部、メタクリル 酸10部、メルカプトプロピオン酸0.5部及び水90 部を混合したモノマー水溶液、並びに2.3%過硫酸ア ンモニウム水溶液24部を4時間で滴下し、滴下終了 後、さらに2.3%過硫酸アンモニウム水溶液6部を1 時間で滴下した。その後引き続いて80℃に温度を維持 し、重合反応を完結させ、重量平均分子量20、000 の重合体水溶液からなる本発明のセメント分散剤用ポリ カルボン酸(3)を得た。

18

(比較セメント分散剤用ポリカルボン酸(2)の製造) 温度計、撹拌機、滴下ロート、窒素導入管及び還流冷却 器を備えたガラス製反応容器に水120部を仕込み、撹 拌下に反応容器内を窒素置換し、窒素雰囲気下で80℃ まで加熱した。次に、比較例2で製造したメトキシポリ エチレングリコールモノメタクリレート50部、メタク リル酸10部、メルカプトプロピオン酸0.5部及び水 90部を混合したモノマー水溶液、並びに2.3%過硫 酸アンモニウム水溶液24部を4時間で滴下し、滴下終 20 了後、さらに2.3%過硫酸アンモニウム水溶液6部を 1時間で滴下した。その後引き続いて80℃に温度を維 持し、重合反応を完結させ、重量平均分子量20,00 0の重合体水溶液からなる比較セメント分散剤用ポリカ ルボン酸(2)を得た。

<<実施例7~9および比較例5~6>>

「モルタル試験」本発明のセメント分散剤用ポリカルボ ン酸(1)、(2)、(3)と比較セメント分散剤用ポ リカルボン酸(1)、(2)を用いてモルタル試験を行 った。

【0043】試験に使用した材料およびモルタルの配合 は、秩父小野田普通ポルトランドセメント400g、豊 浦標準砂800g、各種重合体を含む水260gであ る。モルタルはモルタルミキサーによる機械練りで調製 し、直径55mm、高さ55mmの中空円筒にモルタル を詰める。次に、円筒を垂直に持ち上げた後、テーブル に広がったモルタルの直径を2方向について測定し、こ の平均をフロー値とした。結果を表1および表2に示 す。

[0044]

	用いた	重合率	(%)	重量	b)	
	セメント分散剤用ポリカルボン酸	a)		平均	添加量	フロ一値
		1PN-35	マレイン酸	分子量	(wt%)	(mm)
実施例7	けか分散剤用ポリカルボン酸(1)	77. 8	98. 9	33400	0, 11	96
実施例8	が小分散剤用ポリカルボン酸(2)	79. 8	99. 9	45500	0. 11	97
比較例5	比較もメント分散剤用ポリカルボン酸(1)	56 . 7	72. 0	15300	0. 13	97

- a) 3-メチル-3-ブテン-1-オールに35モルE〇付加したもの
- b) おかいに対する固形分の重量%

%、56.7%であるのに対して、本発明のセメント分散剤用ボリカルボン酸(1)は98.9%、77.8%、本発明のセメント分散剤用ポリカルボン酸(2)は99.9%、79.8%と非常に高い。したがって、本発明のセメント分散剤は比較セメント分散剤に比べて添米

19

*加量が少なくなり、更にはセメント分散剤に適した分子量まで高分子量化できるため、減水性が向上しているのがわかる。

[0046]

【表2】

•	用いた tメント分散剤用ポリカルポン酸	重量平均 分子量	添加量 (wt%)	フロ ー値 (mg)
実施例9	セパナ分散剤用ポリカルボン酸(3)	20000	0. 13	109
比較例6	比較ゼント分散剤用ポリカルボン酸(2)	20000	0. 13	103

【0047】表2より、本発明のセメント分散剤(3)と比較セメント分散剤(2)とを、同じ添加量(0.13%)で比較すると、本発明のセメント分散剤(3)の方がモルタルフロー値が高く、分散性に優れていることがわかる。したがって、本発明のセメント分散剤は比較セメント分散剤に比べて添加量が少なくなり、減水性が向上しているのがわかる。

[0048]

【発明の効果】本発明の製造方法で製造されたセメント 分散剤用ポリカルボン酸をセメント分散剤として用いれ※20

※は、コンクリート、モルタル等のセメント組成物の高減 水率化を達成することができる。

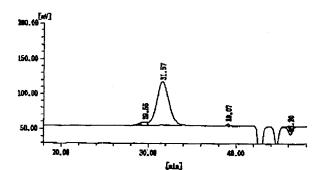
【図面の簡単な説明】

【図1】実施例1で得られたIPN-35のGPCチャートである。

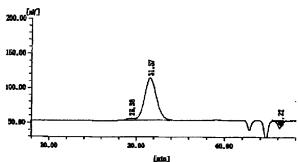
【図2】実施例2で得られたIPN-35のGPCチャートである。

【図3】比較例1で得られたIPN-35のGPCチャートである。

【図1】



【図3】



【図2】

220,00 [ata]

150,00

100,00

20,00

30,00

[ata]

フロントページの続き

(51) Int.Cl. / 識別記号 F I デーマコード (参考) C 0 8 F 290/06 // C 0 4 B 103:32 103:40

F I デーマコード (参考)
C 0 8 F 290/06
C 0 4 B 103:32

(72)発明者 塩手 勝久 神奈川県川崎市川崎区浮島町10-12 株式 会社日本触媒内

(72)発明者 流 浩一郎 大阪府吹田市西御旅町5番8号 株式会社 日本触媒内 (72)発明者 岩井 正吾

神奈川県川崎市川崎区千鳥町14-1 株式 会社日本触媒内

F ターム(参考) 4G012 PB29 PB31 PB32 PC03 4J027 AC03 AC06 AC07 BA03